



Office de la propriété
intellectuelle
du Canada

Un organisme
d'Industrie Canada
www.opic.gc.ca

Canadian
Intellectual Property
Office

An Agency of
Industry Canada
www.cipo.gc.ca

RECEIVED
KEGB

2007 MAY 30 A 9 43

May 25, 2007

KIRBY EADES GALE BAKER

Box 3432

Station D

OTTAWA Ontario

K1P 6N9

ENTERED _____

FILED _____

Application No. : **2,471,026**
Owner : JAPAN SCIENCE AND TECHNOLOGY AGENCY
Title : **METHOD OF ELECTROPHORESING PROTEIN**
Classification : G01N 27/447 (2006.01)
Your File No. : **57940-NP**
Examiner : Tung Nguyen

YOU ARE HEREBY NOTIFIED OF:

- A REQUISITION BY THE EXAMINER IN ACCORDANCE WITH SUBSECTION 30(2) OF THE *PATENT RULES*;
- A REQUISITION BY THE EXAMINER IN ACCORDANCE WITH SECTION 29 OF THE *PATENT RULES*.

IN ORDER TO AVOID MULTIPLE ABANDONMENTS UNDER PARAGRAPH 73(1)(A) OF THE PATENT ACT, A WRITTEN REPLY TO EACH REQUISITION MUST BE RECEIVED WITHIN 6 MONTHS AFTER THE ABOVE DATE.

This application has been examined taking into account the:


Description, pages 1-23, as originally filed;
Claims, 2-5, as originally filed;
1, as received with the letter of October 30, 2003 during the international phase; and
Drawings, pages 1/16-16/16, as originally filed.

The number of claims in this application is 5.

The search of the prior art has revealed the following:

Reference Applied:

Canada

OPIC  CIPO

2,471,026

- 2 -

Japanese Application

6230002

Aug. 19, 1994

G01N 21/31

Toshinori et al.

Toshinori et al. disclose a method for simultaneously measuring multiple elements from a very small quantity of sample liquid.

The examiner has identified the following defects in the application:

Obviousness

Claims 1 and 2 do not comply with section 28.3 of the *Patent Act*. The subject matter of these claims would have been obvious on the claim date to a person skilled in the art or science to which they pertain having regard to Toshinori et al.

Claim 1 of the present invention disclosed an electrophoresis method characterized by using water as a solution for preparing a sample and subjecting a protein to electrophoresis for size separation without a heat-denaturing treatment.

Toshinori et al. disclosed in the abstract an electrophoresis method which uses water as a solution to prepare a sample. Toshinori et al., however, did not mention the step of subjecting a protein to electrophoresis for size separation without a heat-denaturing treatment.

Claim 1 is indefinite and does not comply with subsection 27(4) of the *Patent Act*. The method claim did not include all the necessary functional steps needed in subjecting a protein to electrophoresis for size separation without a heat-denaturing treatment.

Claim 1 is indefinite and does not comply with subsection 27(4) of the *Patent Act*. A claim containing a negative expression such as "without" is objectionable in that claims should generally set forth what the invention is or does, and not what it is not or does not do.

Claim 1 is indefinite and does not comply with subsection 27(4) of the *Patent Act*. A link is found to be missing in the write-up of the method claim. It is not clear how the step of subjecting a protein to electrophoresis for size separation correlates to the step of using water as a solution to prepare a sample. Is the sample a protein sample?

2,471,028

- 3 -

Due to the reasons stated above, a person skilled in the art would find the subject matter in claims 1 and 2 to be obvious.

Indefiniteness

Claims 2-4 are indefinite and do not comply with subsection 27(4) of the *Patent Act*. The second introduction (use of an indefinite article) of an element already introduced causes ambiguity. The term "a protein" (claim 2, lines 1-2; claim 3, line 3; claim 4, lines 3 and 4) has been defined previously in the claims. The aforementioned term should therefore be referred to using a definite article.

In view of the foregoing defects, the applicant is requisitioned, under subsection 30(2) of the *Patent Rules*, to amend the application in order to comply with the *Patent Act* and the *Patent Rules* or to provide arguments as to why the application does comply.

Section 29 of the Patent Rules requisition

Under section 29 of the *Patent Rules*, the applicant is requisitioned to provide:

- Identification of any prior art cited in respect of the United States Patent and Trademark Office application describing the same invention on behalf of the applicant or on behalf of any other person claiming under an inventor named in the present application, and the patent number, if granted, subsequent to the International Search Report under paragraph 29(1)(a) of the *Patent Rules*.

To satisfy this requisition, applicant should provide all the preceding information or documents, or provide in accordance with subsection 29(3) of the *Patent Rules* a statement of reasons why any information or document is not available or known.

Tung Nguyen
Patent Examiner
819-956-3859

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN(11)Publication number : **06-230002**(43)Date of publication of application : **19.08.1994**

(51)Int.Cl.

G01N 31/00**G01N 21/31****G01N 21/73****G01N 30/88**(21)Application number : **05-014559**(71)Applicant : **HITACHI LTD**(22)Date of filing : **01.02.1993**(72)Inventor : **JINOKA TOSHINORI
TAKEHARA HIROKO****(54) CONCENTRATING DETERMINATION METHOD OF METAL ION****(57)Abstract:**

PURPOSE: To simultaneously measure many elements from a very small quantity of sample liquid by adding a complex agent to sample water solution containing metal ion so as to form a complex, adding fluorine series surface active agent and water soluble polar solvent to it, and then concentrating the metallic complex at high magnification in organic liquid phase containing fluorine series surface active agent separated by pH regulation.

CONSTITUTION: A complex agent is added to sample water solution containing metal ion so as to form a complex. After adding fluorine series surface active agent and water soluble polar solvent to it, the above-stated metallic complex is concentrated in organic liquid phase containing fluorine series surface active agent separated due to regulation into prescribed pH by a pH regulator, and concentration of metal component in the concentrated liquid is measured by an ion pair chromatograph method, a capillary electrophoresis method, a plasma emitting analysis method, or the like. Hereby, metal ion of low concentration is concentrated at high magnification over 103 times, and hence many elements can be simultaneously measured at high sensitivity of detection lower limit 1ppt.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-230002

(43)公開日 平成6年(1994)8月19日

| (51)Int.Cl. ⁹ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|--------------------------|------|---------|-----|--------|
| G 0 1 N 31/00 | Y | 7132-2J | | |
| 21/31 | A | 7370-2J | | |
| 21/73 | | 7414-2J | | |
| 30/88 | H | 8310-2J | | |

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 5 頁)

| | | | |
|----------|----------------|---------|---|
| (21)出願番号 | 特願平5-14559 | (71)出願人 | 000005108 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地 |
| (22)出願日 | 平成5年(1993)2月1日 | (72)発明者 | 陳岡 敏典 神奈川県横浜市戸塚区吉田町282番地 株 式会社日立製作所生産技術研究所内 |
| | | (72)発明者 | 竹原 裕子 神奈川県横浜市戸塚区吉田町282番地 株 式会社日立製作所生産技術研究所内 |
| | | (74)代理人 | 弁理士 中村 純之助 |

(54)【発明の名称】 金属イオンの濃縮定量方法

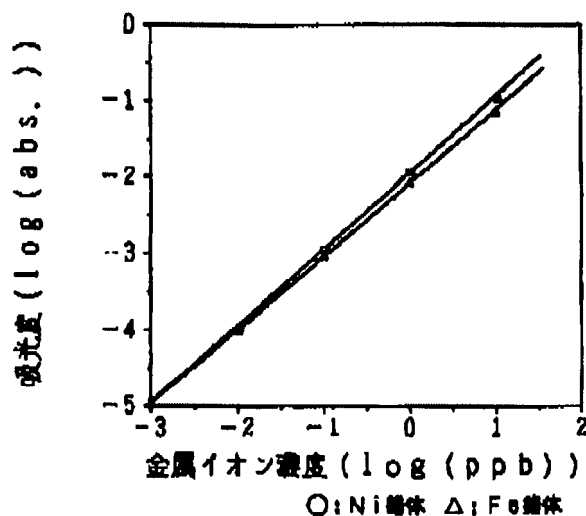
(57)【要約】 (修正有)

【目的】濃縮に要する時間が短く、かつ、濃縮倍率が 10^3 倍以上の高倍率で、得られた濃縮液中複数成分を同時に測定できる濃縮定量方法を提供する。

【構成】金属イオンを含有する試料水溶液に錯化剤を添加して錯体を形成させ、フッ素系界面活性剤及び水溶性樹性溶媒を添加した後、pH調整剤で所定のpHに調整することにより分離するフッ素系界面活性剤を含む有機液相中に上記金属錯体を濃縮し、該濃縮液中の金属成分の濃度をイオン対クロマトグラフ法、キャピラリー電気泳動法、プラズマ発光分析法、プラズマ質量分析法、原子吸光光度法もしくは全反射蛍光X線分析法により測定する。

【効果】低濃度の金属イオンを 10^3 倍以上の高倍率に濃縮し、検出下限1pptの高感度で多元素を同時に測定することができる。半導体製造プロセスに用いる、シリコンウェハ表面の金属汚染濃度を 10^{10} atoms/cm²以下に管理することが可能となる。

(図2)



(2)

特開平6-230002

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 金属イオンを含有する試料水溶液に水溶性錯化剤を添加して金属錯体を形成させ、フッ素系界面活性剤及び水溶性極性溶媒を添加した後に、pH 調整剤で所定の pH に調整して分離する有機液相中に上記金属錯体を濃縮し、該濃縮液中の金属成分濃度をイオン対クロマトグラフ法、キャピラリー電気泳動法、プラズマ発光分析法、プラズマ質量分析法、原子吸光光度法もしくは全反射蛍光X線分析法など少量の試料液で多種類の金属元素を同時にしくは逐次分析可能な分析方法によって測定することを特徴とする金属イオンの濃縮定量方法。

【請求項2】 上記錯化剤が 1,10-フェナントリン、ビピリジル、チオセミカルバジドまたは各種ポルフィリンなど相分離が行われる pH において各種金属イオンと安定な錯体を形成する錯化剤であることを特徴とする請求項1記載の金属イオンの濃縮定量方法。

【請求項3】 請求項1記載の金属イオンの濃縮定量方法を用いて薬剤、水、洗浄液、雰囲気中の金属イオン濃度を所定濃度以下に管理することを特徴とする電子部品製造プロセス。

【請求項4】 請求項3記載の電子部品製造プロセスにより製造されたことを特徴とする電子部品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は電子部品製造プロセスで使用される薬剤、水、各種洗浄液中の低濃度金属イオンの濃縮測定方法に係り、特に、濃縮操作時間が短くかつ濃縮倍率が高く、しかも複数の目的成分を同時に測定することのできる金属イオンの濃縮測定方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 電子部品製造プロセスにおいては、金属元素が微量量でも混入すると半導体デバイスの電気的特性不良の原因となることから、使用する材料や薬剤からの不純物の混入や、雰囲気からの汚染を可能な限り抑制する必要があり、そのためには微量量の金属元素を検出する技術が不可欠である。電子部品やその製造プロセスで使用される材料中の微量金属の分析方法としては、これまで、SemiconductorWorld 第3巻(1992) 第151～157頁記載のように、フレイムレス原子吸光光度法やプラズマ質量分析法などの高感度分析方法が用いられてきた。

【0003】 しかし、半導体デバイス構造の微細化、高密度化が進むに従って、上記の分析方法では検出できないほど微量の金属汚染が製品の歩留りや信頼性の低下に影響を与えるようになってきた。そのため、プロセス材料や製品に含まれる金属成分を選択的に、かつ、高倍率に濃縮して測定する必要がある。濃縮方法としては、これまで、Talanta, Vol. 38, No. 2, pp. 175-179(1991)記載のように、目的成分を錯体やイオン対の形で溶媒抽出する方法、「分析化学」第36巻(1987) 第120～123頁記載のように、金属イオンを錯体として吸着剤や樹脂カラム

2

に捕集する方法、「分析化学」第36巻(1987) 第526～531頁記載のように、沈殿反応を利用する方法などがある。また、最近では、日本化学会第60春季年会予稿集(1991) 第597頁に示されているように、フッ素系界面活性剤を用いた均一液液抽出法が報告されている。すなわち、フッ素系界面活性剤及び水溶性極性溶媒を含む均一溶液のpH を調整することによって、フッ素系界面活性剤及び水溶性極性溶媒からなる微小有機相を分離させ、目的とする有機性化学種を該有機相中に濃縮する方法である。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 従来の濃縮方法の内、金属錯体やイオン対を溶媒を用いて抽出する方法においては、試料液(水)と抽出溶媒とは相互に溶解しないため、抽出の回収率を上げるためには溶媒の液量を増やして試料液と溶媒との接触頻度(接触面積)を大きくする必要があり、結果的に濃縮倍率が低くなる。また、カラム濃縮法や沈殿濃縮法では、濃縮倍率を高めるためには大量の試料をカラムに流したり、フィルターでろ過する必要があり、操作に長時間を要する。さらに、濃縮成分の分析のためにはカラムやフィルターに捕集した金属成分をかなりの量の溶媒で溶出しなければならないので、結果的に濃縮倍率が低くなるという問題があった。

【0005】 一方、均一液液抽出方法においては、フッ素系界面活性剤と水溶性極性溶媒とが相互に溶解した状態で共存する系に pH 調整剤を添加して所定の pH に調整すると、フッ素系界面活性剤の水に対する溶解度が変化して微小体積の液体相が室温で迅速に生成するが、上記系に有機性錯化剤やそれが金属に配位した金属錯体が共存する場合、錯化剤や金属錯体はフッ素系界面活性剤と会合して微小体積の液体相に濃縮される。すなわち、所定の pH に調整するまで均一溶液として存在するので、相互に溶解しない試料水と溶媒とを機械的に振り混ぜる従来の溶媒抽出法と比較して、金属錯体と抽出分子との接触あるいは会合の頻度が高く、少量の溶媒相に効率良く回収されるため、高倍率濃縮が可能となる。しかし、上記の相分離が行われる pH はかなり低く、上記均一液液抽出法で用いられる錯化剤はその pH 領域において安定な金属錯体を形成する錯化剤でなければならない。また、従来の均一液液抽出法による濃縮分析方法は、一元素ごとにその元素と特異的な発色を示す錯化剤の錯体として濃縮し、吸光光度法で定量するというもので、特別な発色を示さない金属の定量は不可能であった。また、半導体製造プロセスにおいて問題となる多数の金属成分を定量するためには、対象となる元素数だけ抽出を繰り返す必要があり、分析に長時間を要していた。

【0006】 本発明の目的は、上記従来技術の有していた課題を解決して、濃縮操作に要する時間が短く、かつ、濃縮倍率が10倍以上の高倍率で濃縮し、得られた

(3)

特開平6-230002

3

濃縮液中の複数の成分を同時に測定することのできる濃縮定量方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】上記目的は、金属イオンを含有する試料水溶液に錯化剤を添加して錯体を形成させ、フッ素系界面活性剤及び水溶性極性溶媒を添加した後、pH調整剤で所定のpHに調整することにより分離するフッ素系界面活性剤を含む有機液相中に上記金属錯体を濃縮し、該濃縮液中の金属成分濃度をイオン対クロマトグラフ法、キャピラリー電気泳動法、プラズマ発光分析法、プラズマ質量分析法、原子吸光光度法もしくは全反射蛍光X線分析法など、微量の試料液で多元素同時に測定可能な測定方法により測定することによって達成することができる。

【0008】

【作用】1,10-フェナントロリンは、鉄、ニッケル、銅、コバルト、亜鉛、マンガン、銀など多種類の金属イオンと安定な錯体を形成する。均一液抽出法においては試料液のpHを下げてパーフルオロオクタン酸などのフッ素系界面活性剤を微小体積の液相として分離させ、その中に有機金属錯体を濃縮させるが、1,10-フェナントロリンは上記の相分離を行わせる低いpH領域においても、多種類の金属イオンと安定な錯体を形成することから、多元素同時濃縮用の錯化剤として適している。なお、ビビリジル、チオセミカルバジドなども、1,10-フェナントロリンと同様に、低pH領域で鉄、銅、ニッケルなどと安定な錯体を形成する。

【0009】また、上記濃縮液では、目的成分が微小体積の液体相に濃縮されるので、例えばクロマトグラフィやキャピラリー電気泳動法もしくは電熱気化方式によるプラズマ発光分光法、プラズマ質量分析法もしくは全反射蛍光X線分析法のように少量の試料で多元素の同時測定が可能な測定方法を適用することにより、高感度定量*

【表1】

| 試料水溶液 (ml) | 金属イオン | 金属錯体回収率 (%) | 濃縮倍率 |
|---------------|-------|----------------|--------|
| 100 | Fe | >95 | 10^3 |
| | Ni | >95 | |
| | Co | >95 | |
| | Zn | >95 | |
| | Cu | >95 | |
| 1000 | Fe | >95 | 10^4 |
| | Ni | >95 | |
| | Co | >95 | |
| | Zn | >95 | |
| | Cu | >95 | |

【0013】なお、上記以外の試薬添加量について金属錯体の回収率を調べ、以下に示すような好ましい範囲の結果を得た。

(1) 錯化剤 1,10-フェナントロリンの添加量は、試料溶液に添加した後の濃度が $2.5 \times 10^{-4} \sim 2.5 \times 10^{-6}$ mol/l となることが好ましい。 2.5×10^{-4} mol/l よりも少ない場

4

*が可能となる。また、微量の試料で定量可能なフレイムレス原子吸光法で元素ごとの分析を行うことも可能である。

【0010】

【実施例】以下、本発明の金属イオンの濃縮定量方法について実施例によって具体的に説明する。なお、以下に述べる実施例の実施に当っては、クリーン度クラス100のクリーンルーム内で行い、希硝酸及び超純水で洗浄したフッ素樹脂製及び石英製の器具を使用した。また、水は超純水を、薬品は特級または超高純度試薬を使用し、必要に応じて精製して使用した。

【0011】

【実施例1】低濃度の鉄イオン、ニッケルイオン、コバルトイオン、亜鉛イオンおよび銅イオンを含む水溶液について、本発明の濃縮方法を用いて濃縮を行った。すなわち、上記金属イオン100ppbを含む試料溶液100ml及び1000mlを石英製ビーカーに採取し、 2.5×10^{-3} mol/lの1,10-フェナントロリン1mlを添加した後、5分間超音波照射して錯塩を生成させた。次に、0.1mol/lのパーフルオロオクタン酸5ml、アセトン5mlまたは50mlを添加した後、溶液のpHを硝酸で0.5に調整して微小体積の液体相を生成させて金属錯体を有機相中に濃縮し、水相中に残留した金属イオン濃度を原子吸光法で測定し、各金属イオンの回収率を求めた。結果は表1に示す通りで、何れも95%以上の回収率で定量的に濃縮することができたことがわかる。上記条件において、相分離後の有機相の体積を測定したところ、何れも100 μ lであった。従って、試料液量が100ml中の場合、試料中の金属イオンが100 μ lの有機相に濃縮されることから、濃縮率は 10^3 倍となる。同様に、試料液量が1000mlの場合の濃縮率は 10^4 倍となる。

【0012】

【表1】

合には錯体生成速度が遅くなり、 2.5×10^{-4} mol/l よりも多い場合には錯体の回収率が低下した。また、1,10-フェナントロリン以外に、ビビリジル、チオセミカルバジドや各種ポルフィリン類などカチオン系の錯化剤を用いることもできる

(2) アセトンの添加量は、試料溶液に添加した後の濃度

(4)

特開平6-230002

5

が3~15vol%となることが好ましい。3vol%より少ない場合にはパーフルオロオクタン酸の結晶が析出し、15vol%よりも多い場合には濃縮倍率が低下した。

【0014】(3) pH 調整剤硝酸の添加量は、試料溶液に添加した後の pH が0.6未満になることが好ましい。なお、硝酸以外に、塩酸や硫酸を用いても同様の結果が得られた。

【0015】

【実施例2】鉄イオン及びニッケルイオンを10ppt~10ppb含む水溶液1000ml を実施例1記載の濃縮操作で濃縮し、得られた濃縮液中の鉄イオン、ニッケルイオン濃度を下記条件でイオン対クロマトグラフ法を用いて測定した。

【0016】測定条件

試料注入量: 100 μ l

分離カラム: オクタデシルシラン修飾型カラム

溶離液: オクタンスルホン酸0.002mol/l、アセトニトリル30%を含む水溶液

検出器: 紫外吸収検出器

得られたクロマトグラムの一例を図1に示すが、鉄イオン、ニッケルイオンは濃縮液中で 1, 10 - フェナントロリンとの錯体の形で存在しており、そのままイオン対クロマトグラフ法で定量することができた。図2は鉄イオン、ニッケルイオンの検量線を示した図であるが、本方法により 1pptまでの鉄、ニッケルを定量することができる。なお、イオン対試薬としては、上記オクタンスルホン酸以外のアルキルスルホン酸や、濃縮に用いるパーフルオロオクタン酸をそのまま使用することができる。

【0017】

【実施例3】鉄イオン及びニッケルイオンを10ppt~10ppb含む水溶液1000ml を実施例1記載の操作で濃縮し、得られた濃縮液中の鉄イオン、ニッケルイオンの濃度を下記条件でキャピラリー電気泳動法を用いて測定した。

【0018】測定条件

試料注入量: 20nl

キャピラリー: 熔融シリカキャピラリー

泳動バッファー: リン酸2水素ナトリウム0.02mol/lを含む水溶液

検出器: 紫外吸収検出器

得られたフェログラムの一例を図3に示す。実施例2の場合と同様に、鉄イオン、ニッケルイオンは濃縮液中で 1, 10 - フェナントロリンとの錯体の形で存在しており、そのままキャピラリー電気泳動法で各々10pptまで定量することができた。また、上記泳動バッファーに例えばオクタンスルホン酸などのアルキルスルホン酸を金属錯体とのイオン対試薬として添加することによって、さらに分離度合いの大きいフェログラムが得られた。

【0019】

【実施例4】鉄イオン、ニッケルイオン及び銅イオンを各々10ppt~10ppb含む水溶液1000mlを用いて、実施例1

6

記載の濃縮操作で濃縮を行った。

【0020】表面の自然酸化膜及び金属汚染物をフッ化水素酸と塩酸との混合溶液で除去したシリコンウェハ上に上記濃縮液10 μ lをスポイトを用いて滴下し、ホットプレート上で加熱して蒸発乾固した後、全反射蛍光X線分析法により測定を行った。

【0021】上記操作法によって、1ppt以上の鉄、ニッケル、銅を同時に定量することができた(図示せず)。

【0022】

【実施例5】鉄イオン、ニッケルイオン及び銅イオンを10~100ppt含む水溶液1000ml を実施例1記載の濃縮操作で濃縮し、得られた濃縮液中の鉄イオン、ニッケルイオン及び銅イオンの濃度をフレイムレス原子吸光光度法を用いて測定した。濃縮液中にはパーフルオロオクタン酸などの有機物が多量に含まれており、鉄、ニッケル、銅イオンの原子吸光分析において妨害を示すことから、マトリクスモディファイアとして有機物の分解を促進する過硫酸アンモニウム溶液を添加して原子吸光測定を行った。

【0023】図4は鉄、ニッケル、銅の検量線を示した図であるが、何れも1pptまでの定量が可能であった。

【0024】

【実施例6】電子部品製造プロセスでシリコンウェハの洗浄に用いられているアンモニア・過酸化水素混合液及び純水中の鉄、ニッケル及び銅の濃度を測定した。同時に、各々の洗浄液中にシリコンウェハを1分間浸漬した後、スピナー乾燥を行い、シリコンウェハ表面に残留した鉄、ニッケル及び銅を全反射蛍光X線装置を用いて定量した。

【0025】洗浄液液中の金属イオン濃度とシリコンウェハ表面に残留した金属イオン濃度との関係を図5及び図6に示す。洗浄液中の金属イオン濃度が増すに従ってシリコンウェハ表面に残留する金属イオン濃度も増加していることがわかる。この結果に基づいて、実施例5記載の濃縮分析方法を用いて電子部品製造プロセスで使用されている洗浄液中の金属イオン濃度を定期的に分析し、金属イオン濃度が10ppt以下になるように管理したところ、洗浄後のシリコンウェハ上の金属汚染濃度を10¹² atoms/cm²以下にすることができた。

【0026】

【発明の効果】以上述べたように、金属イオンの濃縮定量方法を本発明構成の方法とすることによって、従来技術の有していた課題を解決して、濃縮操作に要する時間が短く、かつ、濃縮倍率が10³倍以上の高倍率で濃縮し、得られた濃縮液中の複数の成分を同時に測定することのできる濃縮定量方法を提供することができた。すなわち、低濃度の金属イオンを10³以上の高倍率で濃縮し、検出下限1pptの高感度で多元素同時に測定することができた。

【0027】集積度16 M 以上の DRAM 製造プロセスで

(5)

特開平6-230002

7

8

はシリコンウェハ表面の金属成分濃度を 10^{10} atoms/cm²以下に抑える必要がある。実施例4の方法を用いて洗浄プロセスの各種洗浄液中の金属成分濃度を測定し、10ppb以下に管理することによって、金属成分のシリコンウェハ表面汚染濃度を 10^{10} atoms/cm²以下に管理することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の濃縮方法によって得られた濃縮液をイオン対クロマトグラフ法を用いて測定した場合のクロマトグラム。

【図2】本発明の濃縮方法によって得られた濃縮液をイオン対クロマトグラフ法を用いて測定した場合の検量 * 線。

* 線。

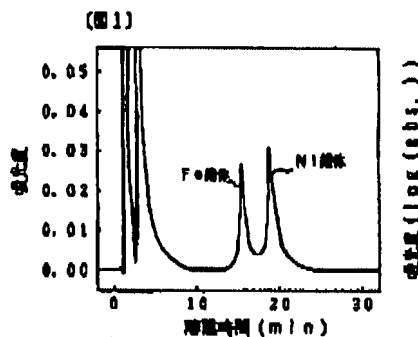
【図3】本発明の濃縮方法によって得られた濃縮液をキャピラリー電気泳動法を用いて測定した場合のフェログラム。

【図4】本発明の濃縮方法によって得られた濃縮液をフレイムレス原子吸光光度法を用いて測定した場合の鉄、ニッケル及び銅の検量線。

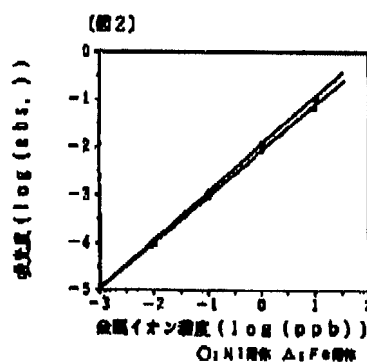
【図5】洗浄液中の金属成分濃度とシリコンウェハ表面に残留する金属成分量との関係を示す図。

【図6】純水中の金属成分濃度とシリコンウェハ表面に残留する金属成分量との関係を示す図。

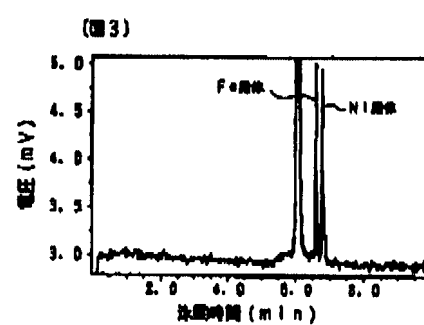
【図1】



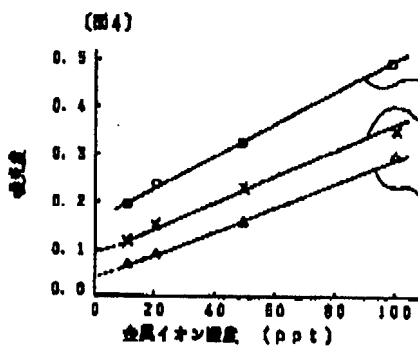
【図2】



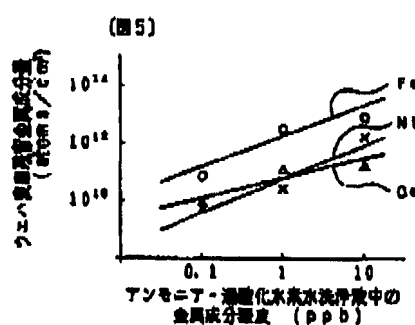
【図3】



【図4】



【図5】



【図6】

